

⑬日本国特許庁  
公開特許公報

⑭特許出願公開

昭52—117393

⑮Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 08 F 8/28  
B 01 D 15/00

識別記号

⑯日本分類  
28(3) F 121.1  
13(9) F 26

庁内整理番号  
6779—45  
6939—4A

⑰公開 昭和52年(1977)10月1日

発明の数 3  
審査請求 未請求

(全 8 頁)

⑱吸着剤ポリマーの吸着速度改良法

⑲特 願 昭52—30243

⑳出 願 昭52(1977)3月18日

優先権主張 ㉑1976年3月25日㉒アメリカ国  
㉓670484

㉔発 明 者 アルバート・リチャード・リイ  
ド  
アメリカ合衆国デラウェア州ホ

ツクシン・ビー・オー・ボックス  
ス354

㉕出 願 人 ハーキュルス・インコーポレー  
テッド

アメリカ合衆国デラウェア州ウ  
イルミントン市マーケット・ス  
トリート910

㉖代 理 人 弁理士 湯浅恭三 外2名

明 施 資

1. [ 特 許 の 名 称 ]

吸着剤ポリマーの吸着速度改良法

2. [ 特 許 請 求 の 範 疇 ]

1. ①水溶性アクリル酸塩のホモポリマー、②水溶性メタクリル酸塩のホモポリマー、③アクリルアミドのホモポリマー、④任意の割合からなるアクリルアミドおよび⑤および⑥で指定した塩のうちのひとつとのコポリマー、および⑦アクリルアミドとアクリルアミドと共重合可能な第二ビニルポリマーとの共重合でグラフトされた不溶性、水溶性ポリサッカライドからなる群より選んだアクリルポリマーにおいて、前記アクリルポリマーが第二ビニルモノマーを介して交叉結合しておりその割合は概ね0.2から5重量部のグリオキサルで処理した粒子表面を有することとを特徴とするアクリルポリマー。

2. 約10から90重量部のセルロース、アクリルアミドおよびメチレンビスアクリルアミドを介して交叉結合したアクリル酸のグラフトコポ

リマーにおいて、前記コポリマーは概ね0.2から2重量部のグリオキサルで処理した粒子表面を有することとを特徴とする特許請求の範囲1のグラフトコポリマー。

3. 任意の割合のアクリルアミドおよび水溶性アクリル酸塩のコポリマーにおいて、前記ポリマーがメチレンビスアクリルアミドを介して交叉結合しておりその割合は概ね0.2から2重量部のグリオキサルで処理した粒子表面を有することとを特徴とする特許請求の範囲1のコポリマー。

4. アクリルアミドホモポリマー、アクリルアミドと共重合可能な第二ビニルモノマーとアクリルアミドとのコポリマー、アクリル酸ナトリウムのホモポリマー、メタクリル酸ナトリウムのホモポリマー、およびアクリルアミドと共重合可能な第二ビニルモノマーとアクリルアミドとのコポリマーでグラフト重合させたポリサッカライドからなる群より選んだ水に不溶性の交叉結合体ポリマーの水分あるいは塩水吸着速度を増加する方法において、前記ポリマーの粒子表面を約0.2から5

単位量のグリオキサルで処理することからなることを特徴とする方法。

5. 特許請求の範囲4の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがアクリルアミド約10から50重量部、メチレン-ビス-アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウム50から90重量部からなるコポリマーをグラフト重合させるセルロースであることを特徴とする改良法。

6. 特許請求の範囲4の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがメチレン-ビス-アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウムおよびアクリルアミドのコポリマーであることを特徴とする改良法。

7. アクリルアミドホモポリマー、アクリルアミドと共重合可能な第二ビニルモノマーとアクリルアミドとのコポリマー、アクリル酸ナトリウムのホモポリマー、メタクリル酸ナトリウムのホモポリマー、およびアクリルアミドと共重合可能な第二ビニルモノマーとアクリルアミドとのコポリ

マーでグラフト重合させたポリサツカライドからなる非より遊んだ水に不溶性の交叉結合性ポリマーの水分あるいは吸水速度を増加する方法において、交叉結合性ポリマー粒子を非溶解性媒体に分散させたスラリーを作り、前記スラリーに遊離ポリマーの約0.2から2重量部を溶解するグリオキサルを加え、前記スラリーのpHを約5.5から5.6に調整し、前記スラリーから遊離ポリマーを除去し約50から75℃で乾燥させて乾燥分のスラリー残量を除去することからなることを特徴とする方法。

8. 特許請求の範囲7の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがアクリルアミド約10から50重量部、メチレン-ビス-アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウム50から90重量部からなるコポリマーをグラフト重合させるセルロースであることを特徴とする改良法。

9. 特許請求の範囲7の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがメチレン-ビス-

アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウムおよびアクリルアミドのコポリマーであることを特徴とする改良法。

10. 特許請求の範囲7の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがアクリルアミド約10から50重量部、メチレン-ビス-アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウム50から90重量部からなるコポリマーをグラフト重合させたグア-ゴムであることを特徴とする改良法。

11. 特許請求の範囲7の改良法において、水に不溶性の交叉結合性ポリマーがアクリルアミド約10から50重量部、メチレン-ビス-アクリルアミドと交叉結合したアクリル酸ナトリウム50から90重量部からなるコポリマーをグラフト重合させたデンプンであることを特徴とする改良法。

### 5. [発明の詳細な説明]

本発明は水に不溶性高い吸水性を有する合成ポリマーの製造に関する。さらに詳しくは、アクリルアミドのポリマーおよびコポリマーを溶解とした前記特性を有する生成物の製造に関する。

同出願者による1975年10月23日付U.S.特許出願625,532で、ポリサツカライド-ポリアクリルアミドグラフトコポリマーを基とした高い吸水性を有する物質の製造を開示した。上記出願に示されているように、アクリルアミドあるいは好ましくはアクリルアミドと共重合可能なビニルモノマーたとえばアクリル酸ナトリウムとの混合物はフリラジカル触媒系でセルロースの存在下および得られたポリマー用のジビニル交叉結合剤の存在下で同時に重合および交叉結合する。得られた生成物は本質的にはセルロースとアクリルアミドコポリマーとの交叉結合性グラフトコポリマーである。ジビニル交叉結合を介してグラフトポリマーあるいはポリサツカライドに強固に結合したフリー（すなわちグラフト化しない）アクリルアミドも一部ありこれは分離できないと思われる。したがって、この生成物は略してグラフトコポリマーと呼ばれる。グラフト化と交叉結合反応が同時におこるとほとんど不溶性でかつ水および塩水を非常によく吸収する性質をもつ物質が得

られる。

グラフト重合しホポリサツカライドの融点特性を評価するには2つの特性が重要と見られる。その一つは物質の含液量特性であり、もう一つは融解がおこるときに速速すなわち物質のウィツキング (WICKING) 能である。

前述の材料特性を示してあるように、交叉結合したグラフトコポリマーはジビニル交叉結合の組成が比較的小さくても非常に良好な融解特性を有する。しかし交叉結合程度が小さいと生成物が粉末あるいは粒状のときに融解のウィツキング能が得られない。粉末状のときでも良好なウィツキング能をもつ生成物を得るためには、ジビニル交叉結合剤の量をグラフトコポリマーの約10%ほどまで増加することが必要である。ウィツキング能の小さい物質はポリマー粒子間と水溶液との初期接触点でゲル化が急速におこりそのため水溶液が融解剤の表面を通過して内部に浸透する速度が減少する。

本発明はたとえはアクリルアミドホモポリマー、

あるということに為るべくすることである。というの以下に記述してあるように、グリオキサル樹脂は他の交叉結合状態セルロース融解剤のウィツキングを改良するのに有効と見えないからである。

本発明の一形式を適用する交叉結合剤ポリアクリルアミド-ポリサツカライドグラフトコポリマーはポリサツカライドであるホスト化合物の存在下でフリーラジカル融解系の作用によりアクリルアミドあるいはメタクリルアミドと少なくとも一種の第二の水溶性ビニルモノマーおよび水溶性ジビニルモノマーとを同時に反応させて得た生成物である。好ましい第二のビニルモノマーはアクリル酸あるいはメタクリル酸およびこれらのアルカリ金属塩である。アクリルアミドあるいはメタクリルアミドとホモモノマーとして使用できる別のモノマーの例は2-アクリルアミド-2-メチルプロパンメルホン酸のアルカリ金属塩、スルホプロピルアクリル酸のアルカリ金属塩、1,2-ジメチル-5-ビニルビリジニウムメタルサルファート

アクリルアミドと第二ビニルモノマーのコポリマー、アクリル酸ナトリウムあるいはメタクリル酸ナトリウムのホモポリマーあるいはアクリルアミドと第二ビニルモノマーのコポリマーとグラフト重合させたポリサツカライドのような水に溶けない交叉結合剤ポリマーの水あるいは塩水融解速度の向上法に関するもので、その特徴とするとところは前記ポリマーの粒子表面を約1.2から5μm程度のグリオキサルで処理することからなることである。

水溶性ポリサツカライドをグリオキサルで処理することについては知られている (U.S. 特許 2,879,268 および 3,072,635)。これは該ポリサツカライドの水に対する溶解性を改良するためのことなり。この改良はグリオキサルが処理されたポリサツカライド試料の水に対する感度性を減少させ表面のゲル化を減少させるために可能になるものと見られる。これは本発明のメカニズムと類似のものであるにもかかわらず、本発明で示した物質に対してはこの方法は非常に有効で

および2-メタクリロイルオキシエチルトリメチルアンモニウムメタルサルファートである。

ポリアクリルアミド-ポリサツカライドグラフトコポリマーとジビニル化合物との交叉結合は上記したビニルモノマーを重合させるときと同様のフリーラジカルメカニズムによつて進行する。好ましい交叉結合剤はメチレン-ビス-アクリルアミド (MBA) である。その他の交叉結合剤はメチレン-ビス-メタクリルアミドおよびたとえは2,5-ジビニルビリジンの四級塩などの四級化合物である。

本方法が適用可能な被処理グラフトコポリマーを伴うのは種々のポリサツカライドを用いることができる。たとえは、繊維状化学繊維、印刷用糊、不溶パルプ、たとえは酸化したセルロースおよび処理したセルロースのような酸化したポリサツカライドおよび酸化物；ハイドロセルロースのような加水分解したポリサツカライド；たとえはトウモロコシ、さつまいも、小麦デンプンなどのその他のデンプンあるいはあらかじめゼラチン化

シアゲンブシ；グア-ゴムおよびセルロース、ゲンブシおよびたとえばD、SQ.05から0.25のカルボキシメチルセルロースおよびM、SQ.05から0.25のヒドロキシエチルセルロースおよびM、SQ.5から5の交叉結合状ヒドロキシエチルセルロースのようポリサツカライドなどが用いられる。硬化したセルロース、施すの綿および木材バルブが好ましい。

本発明を適用するのに適した好ましい生成物はホストであるポリサツカライド約10から60重量部および交叉結合状アクリルアミドポリマー約40から90重量部を含む、アクリルアミド成分は通常約10から50部の合成ポリマーからなるホストであるポリサツカライドは約50から60部の合成ポリマーを含む組成物約40から50部であることが好ましい。合成ポリマーは約2.0から3.0部のアクリルアミドを含むことが好ましい。さらに、好ましい生成物はモノマーの濃度に対して約0.2から2部好ましくは0.5から2部のジビニル交叉結合剤を含んでいる。

から6.0に調整して、そのあと所望量のグリオキサールが粒子表面に反応する時間を経過しつつ用い、グリオキサールの必要量はポリマーの重量に対して0.2から5部好ましくは0.2から2部である。そのあとポリマー-スラリー溶液からとりだし、溶解液で洗って塩度を上げて乾燥する。乾燥に用いる乾燥液を乾燥するように感ぜられる。約50から75部の塩度が好ましい。

本発明で得られる組成物は必要に応じて用いらる使用用途がある。たとえば女性用衛生紙、婦科用スポンジ、外科用スポンジおよび使い捨ておむつなどに有用である。その他の用途としてたとえば反F電線用、絶縁体用および耐腐蝕性水分防湿剤および土壌調整剤としてである。本発明による組成物は改良のメカニズムについての説明に同意あるいは制限されおわけではないが、改良の根本原因はグリオキサールとポリマーとの間で生ずる多少の表面交叉結合であると見られる。

本発明は早急あるいは前述のいずれかの使用

ポリサツカライドとグラフト重合してはいないかつ本発明を適用できる交叉結合したアクリルアミドおよびアクリル塩ナトリウムポリマー市場品であり、アクリルアミドのホモポリマーあるいはアクリル酸あるいはメタクリル酸のアセチンあるいはアルキル金属塩のホモポリマーあるいはさらに好ましくはアクリルアミドあるいはメタクリルアミドと他種の割合のアクリル酸あるいはメタクリル酸とのコポリマーである。交叉結合したアクリルアミドあるいはメタクリルアミドホモポリマー-水相加水分解あるいは塩相加水分解してアミドグループの一部を酸基あるいは塩基にして得た生成物も使用できる。さらに加水分解してアミドおよび酸基をもつアクリロニトリルあるいはメタクリロニトリルホモポリマーも使用できる。

交叉結合したポリマー-グリオキサールで処理するに、はじめに組成物にホモポリマーをたててアセトンまたは酢酸に溶かしてスラリー状とする。このスラリーにグリオキサールの希釈水溶液を添加しながら徐々に加える。スラリーのpHを約5.5

近のようにして用いる。しかし、経済的用途から、たとえば交叉結合したカルボキシメチルセルロース、化学綿、不織布あるいは繊維織のような従来からなる繊維セルロースとブレンドして用いてもよい。本発明の生成物を此種少量使用してもセルロース繊維の溶解のときよりもその溶解能はかなり大に改良できる。

生成物の溶解能およびウィッキング作用はいわゆる“CAP”〔キャピラリー・オアウィッキングアクション (capillary or wicking action)〕法で試験した。CAP法に用いる試験用フリット付きプンプナーロートの首にゴム管を付け、ゴム管の一端をシリコン-レツトに取付けたものからなる。レツトには試験液を入れ、液の高さは液がロートのフリットの底部にちょうど接触するまでとする。レツト内の液の高さは上記フリットの底部から下0から60mmの間の高さのところとする。テストサンプル10をフリットの上部に置き、サンプル容器内に1から0.4 psiの圧力がかかるようにする。つぎにテストを

調整しビュレット内の液の減少量を吸着量を  
 示す関数として記録した。平均に達したならば  
 既 4.5 分後に吸着された食塩量をポリマー試料の  
 重量で割算して吸着能を求める。UAP テストに  
 用いた条件は次のとおりである。

- 1) テンフルにかけた圧力は 0.1-1.0psi である。
- 2) フリット付ガラスポートから 2 皿下のビュ  
 レット内の液を用いてテストをおこなつ  
 た。この高さには液がたまるにつれ連続的に  
 変化する。

#### 例 1

交叉結合架橋化セルローズ-ポリアクリルアミ  
 ドグラフトコポリマー（ポリアクリルアミド 5.1  
 重量部、MBA 交叉結合剤 0.5 重量部）の処理を  
 アセトンに入れてスラリー状とし、このスラリー  
 に処理しながらグラフトポリマーに既 0.5 重量  
 部のグリオキサルを含む水溶液を滴下して加える。  
 スラリーの pH を約 5.5 から 5.6 に調整し、  
 減速で 1 時間撹拌する。過剰の液を除去し、生成  
 物を叔四アセトンで洗って pH 低下も 0.7 で乾燥す

乾燥した物はとも 1 部および 0.5 部減速でも水  
 に入れてスラリー状にするとゲル化をおこした。  
 これは吸着剤の食塩水溶液 (2.0 g/ml 以上)  
 には変化のないことを示す。

#### 例 2

以下に示す交叉結合架橋グラフトポリサツカラ  
 イドを 2 部グリオキサルで処理した。

- 4a) 0.5 部 MBA を含むポリサツカライド  
 5.2 部からなるゼラチン化した小粒ゼンブン。
- 4b) 0.5 部 MBA を含むポリサツカライド  
 5.3 部からなるトウモロコシゼンブン。
- 4c) 0.5 部 MBA を含むポリサツカライド  
 5.1 部からなるグア-ゴム。

これらの各々についてその未処理のものと同様  
 に UAP テストをおこなった。各例ともグリオキ  
 サル処理したものが良好なクイッキンク作用お  
 よび吸着能を示した。表 1 にその結果を示す。

る。

前述した UAP 法によつて 1 の NBU 形成の吸  
 着速度を生産物と未処理の比較対照物（比較対照  
 A）とについて調べた。4.5 分テストでは、グリ  
 オキサル処理した生成物は未処理のものに比べ  
 数倍秀れていた。表 1 にその結果を示す。

#### 例 3

例 1 で用いた交叉結合架橋グラフトセルローズを  
 同様の方法で 2 部グリオキサル処理した。未処  
 理のものに比べて吸着能はやはり上回っていた。表  
 1 に示す。

#### 例 4

未架橋セルローズ（5.0 部ポリアクリルアミド、  
 0.5 部 MBA 交叉結合剤）で作った第二の交叉結  
 合架橋グラフトセルローズを例 1 と同じようにして  
 0.5 部グリオキサルで処理した。得られた生成  
 物を上記未架橋の比較対照物について UAP テス  
 トしてみた。吸着能および乾燥速度ともグリオ  
 キサル処理したものの方が良好であった。結果  
 を表 1 に示す。比較対照物を上記グリオキサル

表 1

グリオキサル処理した交叉結合したグラフトポリマツカライドのJAPテストデータ

例	サンプルのタイプ(B)	12ヶ月の時間(月)における1% NaCl 溶液の収縮率 (mm/g)											
		1	3	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50
比較例 1	グラフト化セルローズ	0.5	0.7	0.8	1.0	1.2	1.4	1.5	1.6	1.6	1.7	-	-
1	グリオキサル処理したグラフト化セルローズ (0.5%グリオキサル)	1.2	2.4	2.9	3.8	4.4	4.8	5.1	5.3	5.6	5.8	6.0	-
2	グリオキサル処理したグラフト化セルローズ (2%グリオキサル)	1.8	3.5	4.5	5.8	6.5	7.0	7.4	7.7	7.9	8.1	8.2	-
比較例 3	グラフト化セルローズ	0.6	1.5	1.7	2.7	3.1	3.4	3.8	4.3	4.5	4.7	4.9	-
3	グリオキサル処理したセルローズ (0.5%グリオキサル)	1.2	3.0	4.4	6.6	8.1	9.0	9.5	9.9	10.1	10.2	10.2	-
比較例 4a	グラフト化セラチン微小ゼンブ	0.4	0.7	0.8	1.1	1.4	1.7	1.9	2.1	2.3	2.4	2.5	-
4a	グリオキサル処理した微小ゼンブ (2%グリオキサル)	1.5	3.0	4.6	7.5	8.9	9.6	10.0	10.2	10.4	10.5	10.6	-
比較例 50	グラフト化トウモロコシゼンブ	0.5	0.5	0.7	0.7	1.2	1.4	1.6	1.7	1.8	1.9	2.1	-
50	グリオキサル処理したトウモロコシゼンブ (2%グリオキサル)	0.7	1.7	2.8	4.2	5.1	5.7	6.2	6.7	7.0	7.2	7.5	-
比較例 60	グラフト化したグア-ゴム	0.5	0.4	0.5	0.8	1.2	1.5	1.7	2.3	2.5	3.1	3.3	-
60	グリオキサル処理したグア-ゴム (2%グリオキサル)	1.2	2.4	3.6	5.0	6.0	6.7	7.2	7.7	8.1	8.4	8.7	-

(B) グリオキサル処理は交叉結合したグラフトポリマツカライドの真値に対するものである。

## 例 5

アクリルアミド約70%およびアクリル酸ナトリウム30%のコポリマーを0.5%MBAと交叉結合させ、その収縮率を例1に示したように2%グリオキサルで処理した。得られた生成物および比較例の比較用試料についてのJAPテストのデータを表2に示す。

## 例 6

アクリルアミド30%およびアクリル酸ナトリウム70%のコポリマーを0.25%MBAで交叉結合させ、例5の操作を繰返した。JAPテストのデータを表2に示す。

## 例 7

アクリルアミド30%およびアクリル酸ナトリウムのコポリマーを0.5%MBAと交叉結合させ、例5の操作を繰返した。表2にそのデータを示す。

## 例 8

0.5%MBAと交叉結合させたポリ(アクリル酸ナトリウム)を2%グリオキサルで処理し、

JAPテストにより収縮速度をテストした。結果を表2に示す。

例5から8の各例において、本発明の生成物は未処理のものに比べて収縮率および収縮速度ともに良好であった。

表 2  
グリオキサール処理した交叉結合したアクリルアミドコポリマーのG Aテストデータ

例	サンプルのタイプ(1)	G A の時間別における 1 g NaCl 溶液の吸光度 (mg/g)										
		1	5	5	10	15	20	25	30	35	40	45
比較例 5	交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.5 g M B A)	0.5	0.5	0.7	1.1	1.4	1.5	1.7	2.0	2.1	2.2	2.4
5	2 g グリオキサール処理した交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.5 g M B A)	1.5	3.5	4.7	6.8	8.0	8.8	9.6	10.1	10.7	11.0	11.4
比較例 6	交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.25 g M B A)	0.5	0.6	0.7	0.9	1.1	1.2	1.3	1.4	1.5	1.6	1.7
6	2 g グリオキサール処理した交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.25 g M B A)	1.7	3.5	5.1	6.7	8.4	9.1	9.5	9.7	9.7	10.1	10.4
比較例 7	交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.5 g M B A)	0.4	0.6	0.7	1.0	1.2	1.3	1.4	1.6	1.6	1.7	1.7
7	1.5 g グリオキサール処理した交叉結合したアクリルアミド-アクリル酸ナトリウムコポリマー (0.5 g M B A)	1.1	2.7	4.2	6.3	7.7	8.7	9.3	9.8	10.2	10.5	10.8
比較例 8	交叉結合したポリ (アクリル酸ナトリウム) (0.5 g M B A)	0.2	0.3	0.5	0.6	0.7	0.8	1.0	1.1	1.2	1.4	1.5
8	2 g グリオキサール処理したポリ (アクリル酸ナトリウム) (1.5 g M B A)	0.8	2.0	2.9	4.0	6.1	6.7	7.6	8.0	8.3	8.5	8.8

(1) グリオキサール処理は交叉結合したポリマーの残基に対するものである。

#### 例 9

その他の良好な吸着能力を有する既知の交叉結合したセルロースについて本発明は有効ではないことを示すために、一連の交叉結合したカルボキシメチルセルロース (J M J) について未処理のものと処理したものについてテストした。グリオキサール処理は前述のようにしておこなった。結果を次に示す。

従ってわかるように、エピクロロヒドリン交叉結合した J M J のみがグリオキサール処理するとおずかに良好となる。その場合でも改良は非常に僅かであつて市販としては魅力はない。その他の成分では改良できないばかりかウィットキングの劣下すらみられた。

表 3

## グリオキサール系ポリイミドの物性値の比較

No.	サンプルのタイプ	熱安定性試験の結果 (100℃/24h) (mg/24h)										
		1	2	3	10	15	20	25	30	35	40	45
1	エポキシ樹脂に添加したグリオキサール (樹脂化して)	1.4	4.0	5.6	8.6	10.5	11.5	11.7	12.2	12.5	12.5	12.5
2	グリオキサールに添加したエポキシ樹脂 (グリオキサール)	2.6	6.1	8.6	11.4	12.4	13.0	13.4	13.7	14.0	14.1	14.3
3	樹脂化して化学反応から生成したグリオキサール系ポリイミド (樹脂化して)	2.5	5.5	7.7	10.5	11.0	11.1	11.1	11.1	-	-	-
4	グリオキサールに添加したエポキシ樹脂 (グリオキサール)	4.1	6.8	7.2	8.2	8.7	9.0	9.2	9.5	9.4	9.5	9.6
5	グリオキサールに添加したエポキシ樹脂 (グリオキサール)	4.7	7.4	8.0	8.8	9.2	9.4	9.5	9.6	9.7	9.7	9.7
6	樹脂化して化学反応から生成したグリオキサール系ポリイミド	1.2	5.5	5.0	5.7	6.4	6.4	6.6	6.7	6.7	6.7	-
7	グリオキサールに添加したエポキシ樹脂 (グリオキサール)	1.9	3.0	3.4	3.6	3.8	3.9	3.9	3.9	3.9	3.9	-
8	樹脂化して化学反応から生成したグリオキサール系ポリイミド	2.4	6.3	6.4	10.0	10.1	10.2	10.2	10.2	10.2	-	-
9	グリオキサールに添加したエポキシ樹脂	5.1	5.5	6.0	6.4	6.8	6.9	7.0	7.0	7.0	7.3	7.5

(注) グリオキサール系ポリイミドは、樹脂化して生成したものである。